

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-329465  
 (43)Date of publication of application : 13.12.1996

(51)Int.Cl. G11B 5/85  
 G11B 5/66  
 G11B 5/84

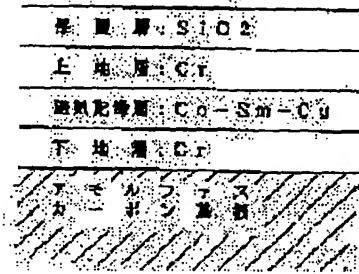
(21)Application number : 07-136689 (71)Applicant : KAO CORP  
 (22)Date of filing : 02.06.1995 (72)Inventor : KOBAYASHI ISAO

## (54) PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a magnetic recording medium having high coercive force and adaptable to high recording density with a Co-Sm-X alloy (X is Zr, Mo, Hf, Ta, W, Pt, Ti, V, Cr or Cu) as the material of a magnetic recording layer.

CONSTITUTION: A film of Cr as an underlayer, a film of a  $\text{Co}_{100-x-y}\text{X}_y$  alloy [(x) is 70-85at.%, (y) is 1-10at.% and  $x+y \leq 90$ ] as a magnetic recording layer and a film of Cr as an upper layer are formed on an amorphous carbon substrate at  $\leq 400^\circ\text{C}$  temp. of the substrate and then heating is carried out at  $300-700^\circ\text{C}$  in inert gas or in vacuum.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-329465

(43)公開日 平成8年(1996)12月13日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

G 11 B  
5/85  
5/66  
5/84

就別記号

府内整理番号

7303-5D  
7303-5D

F I

G 11 B  
5/85  
5/66  
5/84

技術表示箇所

Z  
B

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全5頁)

(21)出願番号

特願平7-136689

(22)出願日

平成7年(1995)6月2日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 小林 功

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会  
社研究所内

(74)代理人 弁理士 笹島 富二雄

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体の製造方法

(57)【要約】

【目的】 磁気記録層としてCo-Sm-X (X=Zr, Mo, Hf, Ta, W, Pt, Ti, V, Cr, Cu) 合金を用いて、高記録密度対応の高保磁力を有する磁気記録媒体を実現する。

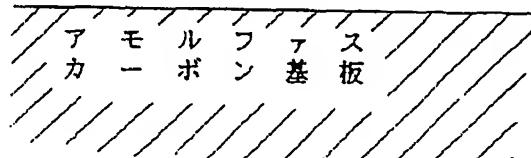
【構成】 アモルファスカーボン基板上に、基板温度400°C以下で、下地層としてCr、磁気記録層としてCo-(x)-Sm-(100-x-y)-X (y) 合金 (x=70~85at%, y=1~10at%, x+y≤90)、上地層としてCrを成膜した後、不活性ガス中あるいは真空中にて300~700°Cの温度で加熱処理する。

保護層: SiO<sub>2</sub>

上地層: Cr

磁気記録層: Co-Sm-Cu

下地層: Cr



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】アモルファスカーボン基板上に、下地層としてCrあるいはCr合金、磁気記録層としてCo-Sm-X (X=Zr, Mo, Hf, Ta, W, Pt, Ti, V, Cr, Cu) 合金、上地層としてCr、Cr合金あるいはCrの窒化物を具備する磁気記録媒体において、磁気記録層としてのCo-Sm-X合金をCo (x)-Sm (100-x-y)-X (y) 合金 (x=70~85at%, y=1~10at%, x+y≤90) とし、基板温度400°C以下で、下地層、磁気記録層、上地層を成膜後、不活性雰囲気中で300~700°Cの加熱処理を施すことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項2】前記上地層として、Cr、Cr合金あるいはCrの窒化物に代えて、非拡散性金属元素、該非拡散性金属元素を含む合金あるいは該非拡散性金属元素の窒化物を用いることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】前記非拡散性金属元素は、Si、Ti、V、Zr、Nb、Mo、Ta、又はWであることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項4】前記磁気記録層を、Co-Sm-X合金よりもなる複数の磁性層と、これらの磁性層間を隔てるCrあるいはCr合金よりもなる非磁性層とを積層することにより形成することを特徴とする請求項1~請求項3のいずれか1つに記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、コンピュータ等の外部記録装置に使用される磁気ディスク等の磁気記録媒体の製造方法に関し、特に、高記録密度対応の高保磁力な磁気記録媒体の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】近年、情報量の増大により、コンピュータの外部記録装置に用いられている磁気ディスクの大容量化/高記録密度化が益々促進されている。一般に、線記録密度と、磁気記録媒体の保磁力Hc、残留磁束密度Br、磁性層膜厚tとの間には、次式の関係がある。

【0003】線記録密度  $\propto Hc / (Br * t)$   
従って、記録密度を高めるためには、保磁力を高めることが必要となる。現状でも、保磁力として1800Oe以上が要求されており、今後の技術動向を考慮すると、3500、4500Oeといったさらなる高保磁力化が想定されている。このような磁気記録媒体の高保磁力化に対して、主に大きな結晶磁気異方性を有するCo-Cr-Pt合金系材料、Co-Sm合金系材料が検討されている。

【0004】Co-Cr-Pt合金系材料としては、Co-Cr-Pt、Co-Cr-Pt-Ta、Co-Cr-Pt-B、Co-Ni-Cr-Pt等が用いられてい

るが、非常に高価な貴金属であるPtを用いるために、コストの大幅な上界は免れない。Co-Sm合金系材料を用いた媒体としては、幾例かの研究がなされている。例えば、H.C.Theuerer等は、Co-Sm-Cu合金を用い、基板温度500°Cの条件にて高保磁力の面内磁化結晶膜を作製している (J.Appl.Phys.40,2944(1969);特公平5-26321号公報の従来技術の欄参照)。しかしながら、前述したようにさらなる高保磁力媒体が望まれている。

【0005】本発明は、このような実情に鑑み、磁気記録層としてCo-Sm合金系材料を用いて、高記録密度対応の高保磁力を有する磁気記録媒体を実現するための製造方法を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明では、基板として、1000°C以上の耐熱性を有するアモルファスカーボン基板を用いる。現在一般に使用されているNi-P合金を施したAl合金基板では、Ni-Pの磁化温度である約290°Cが最大使用温度である。また、強化ガラス基板では、高温加熱により強化処理層中のイオンが膜中に拡散する問題や約500°C付近に軟化点があり基板の変形が生じる可能性が高い。よって、これらは本発明での基板としては適さない。

【0007】本発明では、アモルファスカーボン基板上に、下地層としてCrあるいはCr合金、磁気記録層としてCo-Sm-X (X=Zr, Mo, Hf, Ta, W, Pt, Ti, V, Cr, Cu) 合金、上地層としてCr、Cr合金あるいはCrの窒化物を具備する磁気記録媒体を前提とする。本発明では、磁気記録層としてのCo-Sm-X合金をCo (x)-Sm (100-x-y)-X (y) 合金 (x=70~85at%, y=1~10at%, x+y≤90) とし、基板温度400°C以下で、下地層、磁気記録層、上地層を成膜後、不活性雰囲気中(不活性ガス中あるいは真空中)で300~700°Cの加熱処理を施すことにより、磁気記録媒体を得る。

【0008】ここで、Co (x)-Sm (100-x-y)-X (y) 合金 (x=70~85at%, y=1~10at%, x+y≤90) 以外の組成においては、高い保磁力の媒体が得られていない。下地層の役割は、磁気記録層(磁性層)の結晶粒径を制御して、さらに保磁力を高めることにある。

【0009】上地層の役割は、磁気記録層(磁性層)の成分であるSmの酸化を防止すると共に、磁性層結晶粒界中へCrを拡散させて高保磁力を達成することにある。上地層として、Cr、Cr合金あるいはCrの窒化物に代えて、非拡散性金属元素、該非拡散性金属元素を含む合金あるいは該非拡散性金属元素の窒化物を用いてもよい。

【0010】ここでいう非拡散性とは、CrやCよりも拡散しにくいことを意味し、非拡散性金属元素として

は、Si、Ti、V、Zr、Nb、Mo、Ta、Wを例示できる。但し、上地層として非拡散性金属元素、該非拡散性金属元素を含む合金あるいは該非拡散性金属元素の窒化物を用いる場合、上地層の効果は、Smの酸化防止効果のみである。

【0011】また、磁気記録層を、Co-Sm-X合金よりなる複数の磁性層と、これらの磁性層間を隔てるCrあるいはCr合金よりなる非磁性層とを積層することにより形成してもよい。このように磁性層を非磁性層で分断することにより、非磁性層中のCrが磁性層のCoの結晶粒間に進入することで、磁性結晶粒間の磁気的相互作用が低減され、さらなる高保磁力化が達成できる。

【0012】上地層の外側には、従来の一般的な磁気記録媒体と同様に、保護層を成膜するが、保護層には、カーボン、水素化カーボン、SiC、SiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>等が用いられる。また、加熱処理は保護層形成前でもよいし、形成後でもよい。但し、保護層形成後に加熱処理を行う場合は、保護層の下の層に拡散しにくい材料で保護層を形成することが好ましい。例えばSiO<sub>2</sub>は好ましく、一般にCを含む材料は好ましいとは言えない。

【0013】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

【実施例1】基板には、密度1.5g/cm<sup>3</sup>、ピッカース硬度700なる特性を有する1.89"（外径48mm）のアモルファスカーボン基板を用いた。そして、この基板を精密洗浄（アルカリ洗浄→リンス→リンス→温純水乾燥）後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。尚、図1に実施例1の膜構造を示す。

【0014】1) 下地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層：Co (78at%) - Sm (17at%) - Cu (5at%)

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚30nm

3) 上地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 不活性雰囲気中での加熱処理

真空中 $5 \times 10^{-7}$ Torr、基板温度400°C、加熱時間1分

5) 保護層：SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、以下の手法により保磁力を求めた。

【0015】保磁力は、VSM（振動試料型磁力計）により最大磁界15kOeまで印加して得られたM-Hループより求めた。結果を表1に示す。

【実施例2】基板は、実施例1と同じであり、精密洗浄後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。

【0016】1) 下地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層：Co (78at%) - Sm (17at%) - Ta (5at%)

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚40nm

3) 上地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 不活性雰囲気中での加熱処理

真空中 $5 \times 10^{-7}$ Torr、基板温度600°C、加熱時間1分

5) 保護層：SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、実施例1と同じに、保磁力を求めた。結果を表1に示す。

【実施例3】基板は、実施例1と同じであり、精密洗浄後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。尚、図2に実施例3の膜構造を示す。

【0017】1) 下地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層（磁性層/非磁性層/磁性層/非磁性層/磁性層/非磁性層/磁性層/非磁性層/磁性層の9層）

・磁性層：Co (78at%) - Sm (17at%) - Cu (5at%) × 5層

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚8nm

・非磁性層：Cr × 4層

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚2nm

3) 上地層：Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 不活性雰囲気中での加熱処理

真空中 $5 \times 10^{-7}$ Torr、基板温度600°C、加熱時間1分

5) 保護層：SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、実施例1と同じに、保磁力を求めた。結果を表1に示す。

【実施例4】磁気記録層の組成以外は、実施例1と同じであり、磁気記録層の組成は下記の通りである。

【0018】磁気記録層：Co (80at%) - Sm (17at%)

%) - W (3at%)

〔実施例5〕 磁気記録層の組成以外は、実施例1と同じであり、磁気記録層の組成は下記の通りである。

磁気記録層: Co (78at%) - Sm (15at%) - Zr (7at%)

〔実施例6〕 磁気記録層の組成以外は、実施例1と同じであり、磁気記録層の組成は下記の通りである。

〔0019〕 磁気記録層: Co (78at%) - Sm (15at%) - Mo (7at%)

〔比較例1〕 基板は、実施例1と同じであり、精密洗浄後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。

1) 下地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層: Co (78at%) - Sm (17at%) - Cu (5at%)

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚30nm

3) 上地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度28°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 保護層: SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、実施例1と同様に、保磁力を求めた。結果を表1に示す。

〔比較例2〕 基板は、実施例1と同じであり、精密洗浄後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。

〔0020〕 1) 下地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層: Co (78at%) - Sm (17at%) - Cu (5at%)

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚40nm

3) 上地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度30°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 不活性雰囲気中での加熱処理

真空中  $5 \times 10^{-7}$  Torr、基板温度200°C、加熱時間1分

5) 保護層: SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、実施例1と同様に、保磁力を求めた。結果を表1に示す。

〔比較例3〕 基板は、実施例1と同じであり、精密洗浄後、インライン式通過型スパッタ装置により、以下の手順及び条件で成膜を行った。

〔0021〕 1) 下地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚100nm

2) 磁気記録層: Co (78at%) - Sm (17at%) - Cu (5at%)

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚40nm

3) 上地層: Cr

Arガス圧3mTorr、基板温度32°C、基板バイアス電圧-200V、膜厚5nm

4) 不活性雰囲気中での加熱処理

真空中  $5 \times 10^{-7}$  Torr、基板温度800°C、加熱時間1分

5) 保護層: SiO<sub>2</sub>

トータルガス圧3mTorr (Ar : O<sub>2</sub> = 95 : 5)、基板温度200°C、膜厚15nm

得られた磁気記録媒体の評価は、実施例1と同様に、保磁力を求めた。結果を表1に示す。

〔0022〕

〔表1〕

	保磁力 (Oe)
実施例1	3300
実施例2	2650
実施例3	4021
実施例4	2570
実施例5	2500
実施例6	2380
比較例1	1260
比較例2	985
比較例3	310

上記の結果から、実施例1～3では、十分な保磁力が得られ、磁気記録層をCo (x) - Sm (100-x-y) - X (y) 合金 ( $x = 70 \sim 85$ at%,  $y = 1 \sim 10$ at%,  $x + y \leq 90$ ) とし、基板温度400°C以下で、下地層、磁気記録層、上地層を成膜後、不活性雰囲気中で300～700°Cの加熱処理を施すことにより、高保磁力が得られることが確認された。

〔0023〕 また、実施例3のように、磁気記録層を、Co - Sm - X合金よりなる複数の磁性層と、これらの磁性層間を隔てるCrあるいはCr合金よりなる非磁性層とを積層して形成することで、さらなる高保磁力化を達成できることも確認された。一方、比較例1では、加熱処理を行わなかったため、高保磁力は得られなかつた。

〔0024〕 また、比較例2では、加熱処理を行ったものの、加熱処理温度が範囲外の200°Cで、低温すぎるこにより、高保磁力は得らなかつた。また、比較例3では、加熱処理を行ったものの、加熱処理温度が範囲外の

800°Cで、高溫すぎることにより、高保磁力は得らなかつた。

【0025】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、磁気記録層としてCo-Sm-X合金を用いて、高記録密度対応の高保磁力を有する磁気記録媒体を実現することができるという効果が得られる。また、磁気記録層を、

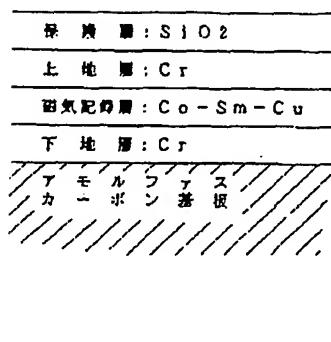
Co-Sm-X合金よりなる複数の磁性層と、これらの磁性層間に隔てるCrあるいはCr合金よりなる非磁性層とを積層して形成することで、さらなる高保磁力化を達成することができるという効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例の膜構造を示す図

【図2】 実施例の膜構造を示す図

【図1】



【図2】

